

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-292603

(43)Date of publication of application : 16.10.1992

(51)Int.Cl.

C08F 2/32

C08F 8/00

C08F 20/06

(21)Application number : 03-081593

(71)Applicant : MITSUBISHI PETROCHEM CO LTD

(22)Date of filing : 20.03.1991

(72)Inventor : YAMAMOTO TETSUYA
YOSHINAGA KENJI
NAKAMURA TOSHIKO
ITO KIICHI

(54) PRODUCTION OF HIGHLY WATER ABSORBING POLYMER

(57)Abstract:

PURPOSE: To reproducibly obtain the subject polymer excellent in percentage of water absorption, speed of water absorption and safety by carrying out reversed suspension polymerization of acrylic acid and an alkali metal salt thereof, etc., in the presence of hypophosphorous acid and a dispersant in an organic solvent and subsequently treating the resultant polymer with a silane coupling agent.

CONSTITUTION: Acrylic acid-based monomers mainly composed of acrylic acid and an alkali metal salt thereof (e.g. sodium acrylate) are dispersed in the presence of hypophosphorous acid, a dispersant (e.g. sorbitan monostearate) and a radical polymerization initiator (e.g. ammonium persulfate) in an organic solvent (e.g. cyclohexane) and the resultant dispersion is subjected to reverse suspension polymerization to produce a highly water absorbing polymer. The above-obtained polymer is subsequently treated with a silane coupling agent (e.g. γ -glycidoxypolytrimethoxysilane) represented by the formula $XR(3-a)SiY_n$ (X is functional group reactive with functional group of highly water absorbing polymer; R is organic group; Y is hydrolyzable group; n is 1-3) in the presence of water, thus obtaining the objective highly water absorbing polymer.

10 【添付書類】 266

刊
行
物
3

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-292603

(43) 公開日 平成4年(1992)10月16日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	片内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 F 2/32	M C E	7442-4 J		
8/00	M J B	8016-4 J		
20/06	M L P	7242-4 J		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願平3-81533

(22) 出願日 平成3年(1991)3月20日

(71) 出願人 000006057

三菱油化株式会社
東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 山本 哲也

三重県四日市市東邦町1番地 三菱油化株
式会社四日市総合研究所内

(72) 発明者 吉永 憲司

三重県四日市市東邦町1番地 三菱油化株
式会社四日市総合研究所内

(72) 発明者 中村 俊子

三重県四日市市東邦町1番地 三菱油化株
式会社四日市総合研究所内

(74) 代理人 弁理士 佐藤 一雄 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高吸水性ポリマーの製造法

(57) 【要約】

【構成】 アクリル酸とそれらのアルカリ金属塩とを主成分とするアクリル酸系モノマーを、次亜燐酸の共存下に、分散剤の存在下に有機溶媒中に分散させて逆相懸濁*

X R (1-3) S 1 Y.

(但し、式中、Xは高吸水性ポリマーの官能基と反応しうる官能基を示し、Rは有機基を示し、Yは加水分解性基を示し、nは1～3の整数を示す)

*重合させて得られた高吸水性ポリマーを、水の存在下で下記一般式 (I) で表されるシランカップリング剤で処理することを特徴とする、高吸水性ポリマーの製造法。

(I)

【効果】 本発明によれば、吸水倍率、吸水速度および安全性等の全ての要求性能を同時に満足する高吸水性ポリマーを再現性良く製造することができる。

(2)

特開平4-292603

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アクリル酸とそれらのアルカリ金属塩とを主成分とするアクリル酸系モノマーを、次亜硫酸の共存下に、分散剤の存在下に有機溶媒中に分散させて逆相懸濁重合させる方法。



(但し、式中、Xは高吸水性ポリマーの官能基と反応しうる官能基を示し、Rは有機基を示し、Yは加水分解性基を示し、nは1～3の整数を示す)

【発明の詳細な説明】

【0001】 【発明の背景】

【産業上の利用分野】 本発明は、高吸水性ポリマーの製造法に関するものである。

【0002】 本発明の製造法によって得られる高吸水性ポリマーは、純水に対する吸水能力はもちろん、生理食塩水、人工尿等々の種々の電解質水溶液に対しても、従来にはない高い吸水能力を示し、しかも吸水ゲル強度が強い。衛生材料、産業資材関係、農園芸関係等の各種の吸水材料に有利に使用することができるものである。

【0003】

【従来の技術】 近年、高吸水性ポリマーは、紙おむつや生理用品等の衛生材料のみならず、止水剤、結露防止剤、鮮度保持材、溶剤脱水材等の産業用途、緑化、農園芸用途等にも利用されるようになってきており、これまでに種々のものが提案されている。

【0004】 この種の高吸水性ポリマーとしては、澱粉-アクリロニトリルグラフト共重合体の加水分解物、カルボキシメチルセルロース、ポリアクリル酸(塩)、アクリル酸(塩)-ビニルアルコール共重合体、ポリエチレンオキサイド等が知られている。

【0005】 これらの高吸水性ポリマーの内、比較的高い吸水性能に優れ、かつ安価に得られるポリマーとしては、ポリアクリル酸塩がある。このポリアクリル酸塩は、一般にアクリル酸およびそのアルカリ金属塩を重合させることにより得られ、このものを架橋、不溶化したものとして得る方法としては、例えばジビニルあるいはジアリル化合物のような架橋剤と共重合させる方法(米国特許3669103号明細書)、特定のモノマー濃度以上で架橋剤の存在下に逆相懸濁重合を行ない、自己架橋型ポリマーを製造する方法(特公昭54-30710号公報)、予め得られた水溶性ポリマーを放射線、電子線



(但し、式中、Xは高吸水性ポリマーの官能基と反応しうる官能基を示し、Rは有機基を示し、Yは加水分解性基を示し、nは1～3の整数を示す)

【0010】 <効果> 本発明によれば、吸水倍率、吸水速度および安全性等の全ての要求性能を同時に満足する高吸水性ポリマーを再現性良く製造することができる。

【0011】 【発明の具体的説明】

<アクリル酸系モノマー> 本発明の重合反応にて使用さ

* 濁重合させて得られた高吸水性ポリマーを、水の存在下で下記一般式(I)で表されるシランカップリング剤で処理することを特徴とする、高吸水性ポリマーの製造法。

(I)

※ 紫外線等の短波長を照射して架橋させる方法等が公知である。しかし、これらの方法では、高い吸水倍率と優れた吸水速度を同時に満足する吸水性能を持つものは得られなかった。

【0006】 一方、このアクリル酸系モノマーの重合を、脂肪族アルコール共存下に、逆相懸濁重合により行ない、吸水倍率を向上させる方法が知られている(特公昭63-52662号公報)。また、逆相懸濁重合において連鎖移動剤を使用し、吸水性能を向上させる方法(米国特許4698404号明細書、特開平2-255804号公報)がある。これらに使用されたアルコール類あるいは連鎖移動剤は、アクリル酸系モノマーの自己架橋反応を、なんらかの形で抑制する化合物として期待されるが、これらの化合物を使用すると残存モノマーが増大すると言う、安全上大きな問題点が存在する。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記の問題点を改良して、吸水倍率、吸水速度および安全性等の全ての要求性能を同時に満足する高吸水性ポリマーを製造する方法を提供しようとするものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】 (発明の概要)

<要旨> 本発明者等は、上記の問題点を改良する目的で鋭意研究した結果、アクリル酸系モノマーの逆相懸濁重合を次亜硫酸の共存下に行い、得られた高い高吸水性ポリマーをシランカップリング剤により処理することにより、より高い吸水性能を有し、残存モノマー量が著しく低い高吸水性ポリマーを極めて再現性良く製造できることを見だし、本発明に到達したものである。

【0009】 即ち、本発明の高吸水性ポリマーの製造法は、アクリル酸とそれらのアルカリ金属塩とを主成分とするアクリル酸系モノマーを、次亜硫酸の共存下に、分散剤の存在下に有機溶媒中に分散させて逆相懸濁重合させて得られた高吸水性ポリマーを、水の存在下で下記一般式で表されるシランカップリング剤で処理すること、を特徴とするものである。

(I)

れるアクリル酸系モノマーは、アクリル酸とそれらのアルカリ金属塩とを主成分とするものである。ここで、「主成分とする」とは、このアクリル酸とそれらのアルカリ金属塩とが90モル%以上占めることを意味するものである。そのようなアクリル酸系モノマーの好ましい具体例は、標品中の全カルボキシ基の20%以上、好ましくは50%以上、がアルカリ金属塩に中和されてなるものを主成分とするものである。この場合、中和度が

(3)

特開平4-292603

3

4

20%未満では、吸水能が小さくなり、得られた吸水ゲル強度も極めて小さいものになってしまう。中和度の上限は90%程度である。

【0012】これらの酸モノマーをアルカリ金属塩へ中和するときのアルカリ剤としては、アルカリ金属の水酸化物や重炭酸塩等が使用可能であるが、好ましくは、アルカリ金属水酸化物である。そのようなアルカリ金属水酸化物の具体例としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウムおよび水酸化リチウムが挙げられる。工業的入手の容易さ、価格および安全性の点からは、水酸化ナトリウムが最も好ましい。

【0013】本発明で用いられる上記アクリル酸系モノマーの量は、多ければ多い程良い。具体的には水に対する中和後のモノマー濃度として20重量%以上、好ましくは30重量%以上、さらに好ましくは35重量%以上である。モノマー濃度が高ければ高い程、単位バッチ当りの収量で有利になるばかりでなく、重合後の脱水操作が容易になるので経済的にも有利である。

【0014】なお、本発明では上記以外に、例えば下記のような、共重合性の二重結合を有するモノマーを併用することもできる。①メタクリル酸、イタコン酸、マレイン酸、フマル酸、2-アクリルアミド-2-メチルプロパンスルホン酸、2-アクリロイルエタンスルホン酸、2-アクリロイルプロパンスルホン酸およびその塩類、②イタコン酸、マレイン酸、フマル酸等のジカルボン酸類のアルキルまたはアルコキシアルキルエステル類、③(メタ)アクリルアミド、④ビニルスルホン酸およびその塩類、⑤アクリル酸メチル、アクリル酸エチル等、⑥(メタ)アクリル酸ヒドロキシエチル、(メタ)アクリル酸ヒドロキシプロピル、⑦ポリエチレングリコールモノ(メタ)アクリレート、N-メチロール(メタ)アクリルアミド、グリシジル(メタ)アクリレート等。

【0015】上記の酸化合物の塩とは、アルカリ金属塩、アルカリ土金属塩、アンモニウム塩等を示すものである。

【0016】これらのモノマーの使用量は、これらのモノマーが前述のアクリル酸系モノマーと良好に共重合し、得られた高吸水性ポリマーの性能を満足させる範囲であればよく、一概に規定できないが、例えばアクリル酸系モノマーに対して5モル%以下を例示することができる。

【0017】また、本発明では上記のモノマー以外に、架橋剤として、例えば、下記のようなモノマーを併用することができる。①ポリエチレングリコールジ(メタ)アクリレート、ポリプロピレングリコールジ(メタ)アクリレート、グリセリントリ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリアクリレート、N, N'-メチレンビス(メタ)アクリルアミド等、のように分子内に二重結合を2個以上有し、アクリル酸系モノマーと共

重合性を示すもの、②エチレングリコールジグリシジルエーテル、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテル、脂肪族多価アルコールのジまたはポリグリシジルエーテル等のようなアクリル酸系モノマー中の官能基、例えばカルボキシ基と重合中あるいは重合後の乾燥時に反応しうるような官能基を二個以上有する化合物。

【0018】これらの架橋剤の使用量は一概に規定できないが、例えばアクリル酸系モノマーに対して5モル%以下を例示することができる。

【0019】なお、モノマーおよび架橋剤化合物の例示において、「(メタ)アクリル」および「(メタ)アクリレート」とは、「アクリル」および「メタクリル」ならびに「アクリレート」および「メタクリレート」を総称して示すものである。

【0020】＜次亜リン酸＞本発明による高吸水性ポリマーの製造法は、重合時に次亜リン酸を共存させることを一つの重要な特徴とするものである。

【0021】次亜リン酸の使用量は、アクリル酸系モノマーに対して0.0002~0.5モル%、好ましくは0.001~0.1モル%、である。次亜リン酸の使用量が、0.5モル%超過であると、得られた高吸水性ポリマーの水可溶分が多くなり、吸水時にベトツキが顕著となり問題となる。

【0022】本発明における次亜リン酸の作用は、十分解明されたわけではないが、アクリル酸系モノマーの重合の制御、特にアクリル酸系モノマーを所定の重合条件下におくことによって不可避的に生ずる自己架橋の制御、に関与するものと考えられる。

【0023】同様の効果は、他の一般的な連鎖移動剤、例えばメタノール、硫酸アンモニウム、2-メルカプトエタノール、チオグリコール酸、次亜リン酸ナトリウム等でもある程度得られるが、本発明での次亜リン酸は少量で効果的であり、また、残存モノマー量を著しく少なくでき、かつ再現性良く高吸水性ポリマーを得ることができる点で他の化合物とは明らかに異なるものである。

【0024】＜有機溶媒＞本発明においては使用される有機溶媒としては、疎水性且つ不活性で有れば良く、例えば、(イ)脂肪族炭化水素類、例えばn-ペンタン、n-ヘキサン、n-ヘプタン、n-オクタン等、(ロ)脂環族炭化水素類、例えばシクロヘキサン、シクロオクタン、メチルシクロヘキサン等、(ハ)芳香族炭化水素類、例えばベンゼン、トルエン、キシレン等、が好ましい。これらの中でも、シクロヘキサンが特に好ましい。

【0025】有機溶媒の使用量は、重合反応系を油中水滴型のものにするため、および重合反応熱の除去の点からして、アクリル酸系モノマーを含有する水溶液に対して、0.5~5重量比にするのが望ましい。

【0026】＜分散剤＞本発明において使用する分散剤としては、(イ)非イオン性界面活性剤、例えばソルビタン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリグリ

(4)

特開平4-292603

5

セリン脂肪酸エステル等、(ロ) 繊維系誘導体、例えばセルロースエーテル、セルロースエステル等、(ハ) カルボキシル基含有高分子、例えば α -オレフィンと無水マレイン酸の共重合体またはそれらの誘導体、等を挙げることができる。好ましくは、HLB 2~7の非イオン系界面活性剤、さらに好ましくはHLB 2~7のソルビタン脂肪酸エステルが使用され、室温で固体であるもの、特にソルビタンモノステアレート、が好ましい。

【0027】分散剤の使用量は、アクリル酸系モノマーに対して0.5~20重量%、好ましくは1~10重量%、である。

【0028】＜重合方法＞本発明で使用される逆相懸濁重合は、通常、ラジカル重合開始剤の存在下に行われる。

【0029】ラジカル重合開始剤としては、アクリル酸系モノマーの水溶液に溶解するものであればよく、具体的には、無機または有機過酸化物、例えば過硫酸塩（アンモニウム塩、アルカリ金属塩（特にカリウム塩）その他）、過酸化水素、ジ第三ブチルペルオキシド、アセチルペルオキシド等がある。これらの過酸化物の他に所定の水溶液が得られるならば、アゾ化合物その他のラジカル重合開始剤、例えば2, 2'-アゾビス（2-アミノプロパン）二塩酸塩、2, 2'-アゾビス（N, N'-ジメチレンイソブチルアミジン）二塩酸塩、4, 4'-アゾビス（4-シアノ吉草酸）等も使用可能である。

【0030】重合は、これらの水溶性ラジカル重合開始剤の分解によって開始されるわけであるが、本発明では水溶性ラジカル重合開始剤の分解は、慣用の手段である加熱の他に、化学物質によって重合開始剤の分解を促進する等の周知の方法で行うこともできる。

【0031】重合開始剤が過酸化物であるとき、その分解促進物質は、還元性化合物（本発明では水溶性のもの）、たとえば過硫酸塩に対しては酸性亜硫酸塩、アスコルビン酸、アミン等であって、過酸化物と還元性化合物



（但し、式中、Xは高吸水性ポリマーの官能基と反応しうる官能基を示し、Rは有機基を示し、Yは加水分解性基を示し、nは1~8の整数を示す）

【0038】ここで、高吸水性ポリマーの官能基、具体的にはカルボキシル基、と反応しうる官能基Xとしては、例えばグリシジル基、アミノ基およびメルカプト基などを含有する有機基があげられ、有機基Rとしては、例えばメチル基およびエチル基等の低級アルキル基があげられ、また加水分解性基Yとしては、例えばアルコキシ基およびアセトキシ基などがあげられる。

【0039】従って、シランカップリング剤（1）の例としては、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、 β -（3, 4-エポキシシクロヘキシル）エチルトリメトキシシラン、 γ -（2-アミノエチル）アミノ

6

*物との組合せからなる重合開始剤は「レドックス開始剤」として高分子化学の分野で周知のものである。従って、本発明で「重合開始剤」という用語は、このような分解促進物質との組合せ、特にレドックス開始剤、を包含するものである。

【0032】上記のような水溶性ラジカル重合開始剤の使用量は、アクリル酸系モノマーに対して、一般的には0.001~10重量%、好ましくは0.01~1重量%、である。

【0033】本発明の重合法に関する具体的な実施態様の一例を示せば、次の通りである。予めアクリル酸を中和してアルカリ金属塩水溶液とし、これに次亜リン酸およびラジカル重合開始剤を添加溶解し、窒素等の不活性ガスを導入し脱気を行ってアクリル酸系モノマーの水溶液を調製する。

【0034】別に、HLB 2~7のソルビタン脂肪酸エステルをシクロヘキサン中に添加し、必要ならば若干加温して懸濁させ、その後、窒素など不活性ガスを導入して脱気を行った溶液を用意する。この溶液に上記アクリル酸系モノマーを含有する水溶液を添加して、所定温度に加熱しモノマーを重合させる。

【0035】重合後のポリマーは、膨潤したビーズ状の粒子からなっていて、これは直接あるいは煮沸脱水後、デカンテーションまたは蒸発操作等によって分散媒と容易に分離することができるものである。なお、この膨潤ポリマーを、例えば120℃以下の温度で乾燥すれば、粉末状のポリマーとすることができる。

【0036】＜シランカップリング剤による処理＞
(イ) シランカップリング剤

本発明では、上記逆相懸濁重合で得られた高吸水性ポリマーを、水の存在下、シランカップリング剤で処理することをもう一つの重要な特徴とするものである。

【0037】本発明の製造法で用いられるシランカップリング剤は、下記式（1）で表される化合物である。

(1)

ロピトリメトキシシラン、 γ -（2-アミノエチル）アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、N-フェニル- γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -クロロプロピルトリメトキシシラン、 γ -クロロプロピルメチルジメトキシシラン、オクタデシルジメチル（3-（トリメトキシシリル）プロピル）アンモニウムクロライドなどが挙げられる。

【0040】本発明におけるシランカップリング剤の使用量は、高吸水性ポリマーの種類、そこに存在する水の量等によっても多少異なってくるが、通常、高吸水性ポリマーに対して0.001~10重量%、好ましくは0.01~3重量%、である。同使用量が少なすぎると吸水速度およびゲル強度の向上効果が得られなくなる

(5)

特開平4-292603

7

し、多すぎると処理後のポリマーの吸水倍率が低下する。

【0041】また、本発明においてはシランカップリング剤とともに、さらに一般的にシラノール縮合触媒をして知られているジブチル錫ジラウリレート、ジブチル錫ジアセテート、ジブチル錫ジオクトエート等を添加して処理をすれば、より効果的に吸水速度の制御された高吸水性ポリマーを得ることができる。

【0042】このシラノール縮合触媒の使用量は、シランカップリング剤に対して、通常0.1~1000重量%、好ましくは1~500重量%、である。

【0043】(ロ) 処理対象

本発明のシランカップリング剤による処理をうけるべき対象は、先ず、前記逆相懸濁重合によって得られた高吸水性ポリマーであり、そのようなポリマーとしては、下記のもの为例示することができる。①重合工程で得られた、脱水前の油中分散液としての含水高吸水性ポリマー、②上記①の分散液から分離した、含水高吸水性ポリマー、③重合工程で脱水して得られた、油中分散液としての、低含水量の高吸水性ポリマー、④上記③の分散液から分離した、低含水量の高吸水性ポリマー、⑤上記④のポリマーを脱水、乾燥処理された高吸水性ポリマー、⑥前記①から④、④から⑤、⑤から⑥あるいは④から⑥の中間に位置する高吸水性ポリマー。

【0044】そして、本発明における高吸水性ポリマーのシランカップリング剤による処理は、水の存在下で行わせることを必須とするものである。水不存在あるいは水が不足する状態でシランカップリング剤処理をしては初期の目的を達成することができない。

【0045】水の存在形態としては、高吸水性ポリマーが予め所定量の水を含有してなるものでも、水を追加添加してなるものでもよい。

【0046】本発明における水の存在量は、高吸水性ポリマーに対して0.5~300重量%、好ましくは5~150重量%、である。水の量が少なすぎると、高吸水性ポリマーが処理時に膨潤状態にならないために、シランカップリング剤との反応が有効に進行せず、処理に長時間を要するなど、工業的実施上の不利となる。また、水の量が多すぎると、得られたポリマーのゲル強度は向上するが、シランカップリング剤による吸水速度の向上効果が低下して、多量のシランカップリング剤が必要となり、ポリマーの吸水能も低下する。

【0047】(ハ) 処理

水の存在下のシランカップリング剤処理は、種々の態様において実施することができる。その処理態様例としては、例えば①粒状の高吸水性ポリマーと水とシランカップリング剤との混合物を、攪拌下に反応させる方法、②粒状の高吸水性ポリマーと水とシランカップリング剤との混合物を不活性溶媒中で、スラリー状態で反応させる方法、③粒状の高吸水性ポリマーと水とシランカップリ

8

ング剤を不活性溶媒中で混合し、不活性溶媒を除去後、反応させる方法、等が挙げられる。

【0048】これらの各場合において使用する不活性溶媒としては、例えば(イ)アルコール類、例えばメタノール、エタノール等、(ロ)ケトン類、例えばアセトン、メチルエチルケトン等、(ハ)エーテル類、例えばジエチルエーテル、ジブチルエーテル、ジオキサン、テトラヒドロフラン等、(ニ)炭化水素類、例えばn-ペンタン、n-ヘキサン、n-ヘプタン、シクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、キシレン等、(ホ)ハロゲン化炭化水素類、例えば四塩化炭素、塩化メチレン、クロロホルム、エチレンジクロライド等、が挙げられる。

【0049】これらの不活性溶媒は、一種類を用いてもよいし、二種類以上を適宜に併用してもよい。シランカップリング剤で処理すべき高吸水性ポリマーが重合後に油中分散液の形であってもよいことは前記したところであって、その場合の逆相懸濁重合工程由来の有機溶媒がこの場合の不活性溶媒に相当することはいうまでもない。

【0050】この不活性溶媒の使用量は、高吸水性ポリマーの種類や不活性溶媒の種類等によっても異なるが、高吸水性ポリマーに対して、通常5~1000重量%、好ましくは10~500重量%、である。不活性溶媒の使用量が少ないと、処理において取り扱う物質量が少なくなることから、処理装置等の容積効率がよくなるが、処理時の高吸水性ポリマーの分散性が悪くなり、吸水性能に分布ができるために、効果的な分散方法が必要となる。

【0051】また、不活性溶媒の使用量が多すぎると、処理反応が進行しやすくなる反面において、取り扱う物質が多くなり、装置等の容積効率が悪くなり、処理コストが高くなるなど、工業的に不利となる。

【0052】本発明における水の存在下のシランカップリング剤による処理温度は、シランカップリング剤の種類、シラノール縮合触媒の量、不活性溶媒の種類と量、水の存在量、および高吸水性ポリマーの種類等によっても異なり、一概に規定できないが、通常、20~180℃、好ましくは50~150℃、の範囲から適宜に選定される。

【0053】シランカップリング剤による処理時間も、一概に規定できないが、通常0.5~6時間の範囲にある。

【0054】必要に応じて行われるシランカップリング剤による処理の完結は、処理温度を例えば100℃以上の高温に保持すること、あるいは蒸発により水分を除去すること、などにより達成される。

【0055】シランカップリング剤により処理されたポリマーは、そのまま、或は、水分を除去して、場合により不活性溶媒による洗浄を経て、目的とする高吸水性ポリマーとなる。

(6)

特開平4-292603

9

10

【0056】

【実施例】以下の実施例は、本発明をより具体的に説明するためのものである。なお、高吸水性ポリマーの各吸水倍率は以下の方法に従い測定した。

【0057】＜吸水倍率＞

①純水吸水倍率

純水1000cc中に高吸水性ポリマー約0.2gを精秤し、マグネットスターラーで攪拌しながら1時間吸水させる。吸水後、100メッシュふるいで15分水切りをした後、膨潤ゲルの重量を測定し、下記式に従って純水

$$\text{純水吸水倍率} = \frac{\text{膨潤ゲル重量 (g)}}{\text{(g/乾燥前) 乾きポリマー重量 (g)}}$$

②生理食塩水吸水倍率

高吸水性ポリマー約0.5gを精秤し、250メッシュのナイロン袋(10cm×10cmの大きさ)に入れ、500ccの0.9%生理食塩水に1時間浸漬する。その後、ナイロン袋を引き上げ、15分水切りした後、重量を測定し、プランク補正して前記式と同様にして生理食塩水

③人工尿吸水倍率

高吸水性ポリマー約0.5gを精秤し、250メッシュのナイロン袋(10cm×10cmの大きさ)に入れ、500ccの人工尿に1時間浸漬する。その後、ナイロン袋を引き上げ、15分水切りした後、重量を測定し、プランク補正して前記式と同様にして人工尿吸水倍率を算出し*

$$\text{残存モノマー量(ppm)} = \frac{\text{乾燥前重量 (g)} \times \text{乾燥前モノマー量 (ppm)}}{\text{乾燥後重量 (g)}}$$

【0062】＜実施例1＞攪拌機、還流冷却機、温度計および窒素ガス導入管を付設した容量500mlの四つ口丸底フラスコに、シクロヘキサン121gを入れ、ソルビタンモノステアレート(HLB4.7)0.9gを添加して溶解させた後、窒素ガスを吹き込み、溶存酸素を追い出した。

【0063】別に、容量300mlのコンビカルビーカー中でアクリル酸45gと水6.4gとの混合液に、氷冷下、水酸化ナトリウムの25%水溶液70.0gを加えて、カルボキシル基の70%を中和した。この場合の水溶液に対するモノマー濃度は、中和後のモノマー濃度として45重量%に相当する。次いで、架橋剤としてN,N'-メチレンジシアクリルアミド0.029g(対モノマー0.03モル%)、次亜硝酸の30%水溶液0.138g(対モノマー0.1モル%)、および開始剤として過硫酸カリウム0.0312g(対モノマー0.057モル%)を加えて溶解させた後、窒素ガスを吹き込んで溶存酸素を追い出した。

【0064】前記の四つ口丸底フラスコの内容物に、この容量300mlのコンビカルビーカーの内容物を添加し、

*た。

【0058】＜ゲル強度＞高吸水性ポリマー0.5gに純水100gを吸水させ(200倍吸水)、吸水後のゲルをレオメーター(不動工業NMR-2002J型)にて、セルがゲルに入り込む時点の力をゲル強度とした。

【0059】＜吸水速度＞図1に示す装置を用いて測定した。高吸水性ポリマー1gを小穴の開いた支持板の上の不織布上に置く。下方より人工尿を接触させたときに、高吸水性ポリマーが吸水した人工尿の重量を測定した。開始後、10分間に吸水した人工尿の量をもって吸水速度とした。

【0060】＜ベタツキ＞高吸水性ポリマーの生理食塩水吸水倍率を測定した後の膨潤ゲルのベタツキを手触りして測定した。ベタツキ感の判定は、下記の○～△×の3段階評価とした。

○：膨潤ゲルはかなりサラサラしていてドライ感がある。

△：一部、膨潤ゲルがベタツク。

×：膨潤ゲルがベタツキ、手がヌベヌベする。

【0061】＜残存モノマー＞高吸水性ポリマー0.5gを精秤し、これを2リットルビーカー中の生理食塩水1リットルに添加し、約12時間攪拌下に充分膨潤させる。膨潤後のポリマーゲルを200メッシュふるいで濾別し、濾液中に溶解したモノマー量を、高速液体クロマトグラフィーにより測定し、下式に従って残存モノマー量を求めた。

攪拌して分散させ、窒素ガスをバブリングさせながら油浴によりフラスコ内温を昇温させたところ、55℃付近に達してから内温が急激に上昇し、数分後に75℃に達した。次いで、その内温を65～70℃に保持し、且つ攪拌しながら1時間反応させた。なお、攪拌は250rpmで行った。

【0065】1時間反応後、攪拌を停止すると、湿潤ポリマー粒子が丸底フラスコの底に沈降したので、デカンテーションでシクロヘキサン相と容易に分離できた。得られた湿潤ポリマーの含水率を分析した結果、54重量%であった。

【0066】攪拌機を付設した、内容量200mlの耐圧反応機に、この湿潤ポリマー109g(乾燥ポリマー量50g)と、シランカップリング剤として、γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン0.1g(対ポリマー0.2重量%)とを添加、攪拌下混合し、105℃に昇温後1時間処理した。得られたポリマーを減圧乾燥機に移し、80～90℃に加熱して乾燥させて、さらさらとした高吸水性ポリマー50gを得た。以下、本後処理方法を方法Aと称す。

(7)

特開平4-292603

11

【0067】＜実施例2＞実施例1の後処理工程において、シランカップリング剤としての γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシランを0.25g（対ポリマー0.5重量%）に変える以外は同様の操作を行って高吸水性ポリマー50gを得た。

【0068】＜実施例3＞実施例1で重合して得られたポリマーを取り出すことなく、1時間重合後、続けて油浴を100℃に昇温し4時間かけて共沸脱水を行った。攪拌を停止するとポリマー粒子が丸底フラスコの底に沈降したので、デカンテーションでシクロヘキサン相と容易に分離できた。得られた湿潤ポリマーの含水率を分析した結果、17重量%であった。

【0069】攪拌子を入れた、容量200mlのナス型フラスコに、この湿潤ポリマー60g（乾燥ポリマー量50g）、シクロヘキサン60g、シランカップリング剤として、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン0.05g（対ポリマー0.1重量%）、およびシラノール縮合触媒として、ジ-n-ブチル錫ジラウレート0.125g（対シランカップリング剤250重量%）とを添加、攪拌下混合し、60℃で30分間処理後、105℃の油浴中にて常圧下溶媒を留去させ、30分後さらに同温度にて、減圧下で水を留去させた。得られたポリマーをシクロヘキサンで洗浄して、さらさらとした高吸水性ポリマー50gを得た。以下、本後処理方法を方法Bと称す。

【0070】＜実施例4＞実施例1で重合して得られたポリマーを取り出すことなく、1時間重合後、続けて油浴を100℃に昇温し、4時間かけて共沸脱水を行った。攪拌を停止するとポリマー粒子が丸底フラスコの底に沈降したので、デカンテーションでシクロヘキサン相と容易に分離できた。得られた湿潤ポリマーの含水率を分析した結果、17重量%であった。

【0071】攪拌機の付設した、容量300mlの耐圧反応機に、この湿潤ポリマー60g（乾燥ポリマー量50g）、シクロヘキサン60g、シランカップリング剤として、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン0.1g（対ポリマー0.2重量%）、およびシラノール縮合触媒として、ジ-n-ブチル錫ジラウレート0.25g（対シランカップリング剤250重量%）とを添加、攪拌下混合し、60℃で30分間、続いて100℃の加圧下30分間処理した。得られたポリマーをデカンテーションによりシクロヘキサン相と分離し、少量のシクロヘキサンで洗浄後、減圧乾燥機に移し、80～90℃に加熱して乾燥させて、さらさらとした高吸水性ポリマー50gを得た。以下、本後処理方法を方法Cと称す。

【0072】＜実施例5～6＞実施例3において、シランカップリング剤を、 γ -アミノプロピルトリメトキシシランまたは、 γ -メルカプトプロピルメチルジメトキシシランに変えた以外は同様にして、高吸水性ポリマー

12

を得た。

【0073】＜実施例7～9＞実施例1において、次亜磷酸、または架橋剤であるN,N'-メチレンビスアクリルアミドの使用量を変えた以外は同様にして、高吸水性ポリマーを得た。

【0074】＜実施例10～12＞実施例1または3において、架橋剤を使用せず、次亜磷酸の使用量を変えた以外は同様にして、高吸水性ポリマーを得た。

【0075】＜実施例13～14＞実施例3において、架橋剤をポリエチレンジリコールジアクリレート（n=9）またはトリメチロールプロパントリアクリレートに変え、実施例13においては次亜磷酸の使用量を変えた以外は同様にして、高吸水性ポリマーを得た。

【0076】＜実施例15～16＞実施例11において、共重合性のモノマーとしてビニルスルホン酸ナトリウムまたはメタクリル酸を使用した以外は同様にして、高吸水性ポリマーを得た。

【0077】＜実施例17～18＞実施例1において、分散剤をソルビタンモノラウレート（HLB8, 6）またはショ糖脂肪酸エステル（第一工業製薬株式会社製、商品名「DKエステルF-50」、HLB6）に変えて使用した以外は同様にして、高吸水性ポリマーを得た。

【0078】＜実施例19＞実施例1において、アクリル酸の使用量を40g、水を19.2g、水酸化ナトリウムの25%水溶液を62.2gに変えて、モノマー濃度を40重量%として使用した以外は同様にして、高吸水性ポリマーを得た。

【0079】＜実施例20＞実施例1において、アクリル酸の使用量を35g、水を8.7g、水酸化ナトリウムの25%水溶液を77.7gに変えて、モノマー濃度を35重量%として使用した以外は同様にして、高吸水性ポリマーを得た。

【0080】＜比較例1＞実施例1において、次亜磷酸を使用しない以外は同様にして重合を行ったところ、内温が79℃まで上昇し、約1分後内容物が塊状化し、攪拌不能となった。冷却後、フラスコを覗くと不定形のポリマーが攪拌棒、器壁に凝着しており、それ以上の取扱いはできなかった。

【0081】＜比較例2＞実施例3において、後処理を施す前の、含水率17%の湿潤ポリマーを、減圧乾燥器中で、80～90℃にて乾燥し、後処理をしていない高吸水性ポリマーを得た。

【0082】＜比較例3＞実施例1で重合して得られたポリマーを取り出すことなく、1時間重合後、続けて油浴を100℃に昇温し4時間かけて共沸脱水を行った。攪拌を停止するとポリマー粒子が丸底フラスコの底に沈降したので、デカンテーションでシクロヘキサン相と容易に分離できた。得られた湿潤ポリマーの含水率を分析した結果、17重量%であった。

(8)

特開平4-292603

13

【0083】 撈拌子を入れた、容量200mlのナス型フラスコに、この湿潤ポリマー60g（乾燥ポリマー量50g）、メタノール80g、および処理剤としてエチレングリコールジグリシルエーテル0.25g（対ポリマー0.5重量%）とを添加、撈拌下混合し、66℃で30分間処理後、105℃の油浴中にて常圧下溶媒を留去させ、30分後さらに同温度にて、減圧下水を留去させた。得られたポリマーは一部凝集しており、乳鉢で塊砕して高吸水性ポリマー50gを得た。以下、本後処理方法を方法Dと称す。

【0084】 <比較例4~5>実施例10~11におい

14

て、次亜磷酸を使用しない以外は同様にして、高吸水性ポリマーを得た。

【0085】 <比較例6~8>実施例3において、次亜磷酸を使用しないで、メタノール、蟻酸アンモニウムまたは次亜磷酸ナトリウムを使用する以外はほぼ同様にして、高吸水性ポリマーを得た。表1は、上記の実施例および比較例によって得られた高吸水性ポリマーの分析結果を示すものである。

【0086】

10 【表1】

(9)

特開平4-292603

15

16

重合条件				後処理条件		評価結果							
分液剤	モノマー濃度 wt%	水相濃度 mol%	架橋剤	他化合物	方法	架橋剤 量 wt%	純水 g/g	生食水 g/g	人口尿 g/g	ゲル強度 g/cm ²	吸水 速度 g/s	バック ツキ	材料 モノマー ppm
1	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.2	1820	110.4	77.2	1.2	30.2	00000000000000000000	14
2	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.5	311	137.6	58.0	2.4	30.4	00000000000000000000	13
3	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.1	1482	107.6	58.4	3.4	30.0	00000000000000000000	12
4	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.2	1195	104.4	73.6	5.6	29.4	00000000000000000000	11
5	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.5	1044	81.2	69.6	11.4	29.5	00000000000000000000	10
6	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.1	951	90.2	67.2	11.8	29.1	00000000000000000000	9
7	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.2	1021	93.2	65.4	11.8	27.2	00000000000000000000	8
8	SSST	0.05	HBA	0.005	A	0.2	1069	97.4	68.0	14.0	27.2	00000000000000000000	7
9	SSST	0.05	HBA	0.005	A	0.2	1351	103.0	72.2	10.8	30.0	00000000000000000000	6
10	SSST	0.002	-	-	B	0.2	1115	102.0	70.8	10.8	28.6	00000000000000000000	5
11	SSST	0.002	-	-	B	0.2	1204	120.0	83.0	11.2	28.2	00000000000000000000	4
12	SSST	0.01	1-100 TMPTA	0.01	B	0.2	1088	99.0	69.2	7.4	39.2	40000000000000000000	3
13	SSST	0.002	-	-	B	0.1	1059	98.4	67.4	14.8	44.2	40000000000000000000	2
14	SSST	0.002	-	-	B	0.1	1405	108.2	75.4	9.2	36.2	40000000000000000000	1
15	SSST	0.01	HBA	0.03	B	0.2	1128	102.6	71.8	11.0	30.2	40000000000000000000	1
16	SSST	0.01	HBA	0.03	B	0.2	1078	98.0	68.6	12.4	24.8	40000000000000000000	1
17	SSST	0.03	HBA	0.005	A	0.2	988	91.4	64.0	9.8	25.6	40000000000000000000	1
18	SSST	0.03	HBA	0.005	A	0.2	1320	105.6	73.2	10.2	25.6	40000000000000000000	1
19	SSST	0.03	HBA	0.005	A	0.2	1595	114.4	78.8	7.8	24.2	40000000000000000000	1
20	SSST	0.001	-	-	A	-	-	-	-	-	-	1x00000000	1
21	SSST	0.1	HBA	0.03	-	-	1420	114.8	79.8	9.0	2.0	18	18
22	SSST	0.1	HBA	0.03	-	FMSE	352	77.2	54.2	13.4	24.0	14	14
23	SSST	0.1	HBA	0.03	-	FMSE	718	85.4	46.0	13.4	14.4	19	19
24	SSST	-	-	-	A	0.2	988	91.4	64.0	14.8	17.6	10	10
25	SSST	-	-	-	B	0.1	988	91.4	64.0	16.8	15.0	4830	4830
26	SSST	-	-	-	B	0.1	585	53.8	47.8	16.8	23.2	1320	1320
27	SSST	-	-	-	B	0.1	922	83.0	56.2	10.2	23.2	1320	1320
28	SSST	-	-	-	B	0.1	1340	108.4	76.0	8.2	30.4	132	132
29	SSST	-	-	-	B	0.1	-	-	-	-	-	-	-

1	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.2	1820	110.4	77.2	1.2	30.2	00000000000000000000	14
2	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.5	311	137.6	58.0	2.4	30.4	00000000000000000000	13
3	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.1	1482	107.6	58.4	3.4	30.0	00000000000000000000	12
4	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.2	1195	104.4	73.6	5.6	29.4	00000000000000000000	11
5	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.5	1044	81.2	69.6	11.4	29.5	00000000000000000000	10
6	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.1	951	90.2	67.2	11.8	29.1	00000000000000000000	9
7	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.2	1021	93.2	65.4	11.8	27.2	00000000000000000000	8
8	SSST	0.05	HBA	0.005	A	0.2	1069	97.4	68.0	14.0	27.2	00000000000000000000	7
9	SSST	0.05	HBA	0.005	A	0.2	1351	103.0	72.2	10.8	30.0	00000000000000000000	6
10	SSST	0.002	-	-	B	0.2	1115	102.0	70.8	10.8	28.6	00000000000000000000	5
11	SSST	0.002	-	-	B	0.2	1204	120.0	83.0	11.2	28.2	00000000000000000000	4
12	SSST	0.01	1-100 TMPTA	0.01	B	0.2	1088	99.0	69.2	7.4	39.2	40000000000000000000	3
13	SSST	0.002	-	-	B	0.1	1059	98.4	67.4	14.8	44.2	40000000000000000000	2
14	SSST	0.002	-	-	B	0.1	1405	108.2	75.4	9.2	36.2	40000000000000000000	1
15	SSST	0.01	HBA	0.03	B	0.2	1128	102.6	71.8	11.0	30.2	40000000000000000000	1
16	SSST	0.01	HBA	0.03	B	0.2	1078	98.0	68.6	12.4	24.8	40000000000000000000	1
17	SSST	0.03	HBA	0.005	A	0.2	988	91.4	64.0	9.8	25.6	40000000000000000000	1
18	SSST	0.03	HBA	0.005	A	0.2	1320	105.6	73.2	10.2	25.6	40000000000000000000	1
19	SSST	0.03	HBA	0.005	A	0.2	1595	114.4	78.8	7.8	24.2	40000000000000000000	1
20	SSST	0.001	-	-	A	-	-	-	-	-	-	1x00000000	1
21	SSST	0.1	HBA	0.03	-	-	1420	114.8	79.8	9.0	2.0	18	18
22	SSST	0.1	HBA	0.03	-	FMSE	352	77.2	54.2	13.4	24.0	14	14
23	SSST	0.1	HBA	0.03	-	FMSE	718	85.4	46.0	13.4	14.4	19	19
24	SSST	-	-	-	A	0.2	988	91.4	64.0	14.8	17.6	10	10
25	SSST	-	-	-	B	0.1	988	91.4	64.0	16.8	15.0	4830	4830
26	SSST	-	-	-	B	0.1	585	53.8	47.8	16.8	23.2	1320	1320
27	SSST	-	-	-	B	0.1	922	83.0	56.2	10.2	23.2	1320	1320
28	SSST	-	-	-	B	0.1	1340	108.4	76.0	8.2	30.4	132	132
29	SSST	-	-	-	B	0.1	-	-	-	-	-	-	-

1	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.2	1820	110.4	77.2	1.2	30.2	00000000000000000000	14
2	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.5	311	137.6	58.0	2.4	30.4	00000000000000000000	13
3	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.1	1482	107.6	58.4	3.4	30.0	00000000000000000000	12
4	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.2	1195	104.4	73.6	5.6	29.4	00000000000000000000	11
5	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.5	1044	81.2	69.6	11.4	29.5	00000000000000000000	10
6	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.1	951	90.2	67.2	11.8	29.1	00000000000000000000	9
7	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.2	1021	93.2	65.4	11.8	27.2	00000000000000000000	8
8	SSST	0.05	HBA	0.005	A	0.2	1069	97.4	68.0	14.0	27.2	00000000000000000000	7
9	SSST	0.05	HBA	0.005	A	0.2	1351	103.0	72.2	10.8	30.0	00000000000000000000	6
10	SSST	0.002	-	-	B	0.2	1115	102.0	70.8	10.8	28.6	00000000000000000000	5
11	SSST	0.002	-	-	B	0.2	1204	120.0	83.0	11.2	28.2	00000000000000000000	4
12	SSST	0.01	1-100 TMPTA	0.01	B	0.2	1088	99.0	69.2	7.4	39.2	40000000000000000000	3
13	SSST	0.002	-	-	B	0.1	1059	98.4	67.4	14.8	44.2	40000000000000000000	2
14	SSST	0.002	-	-	B	0.1	1405	108.2	75.4	9.2	36.2	40000000000000000000	1
15	SSST	0.01	HBA	0.03	B	0.2	1128	102.6	71.8	11.0	30.2	40000000000000000000	1
16	SSST	0.01	HBA	0.03	B	0.2	1078	98.0	68.6	12.4	24.8	40000000000000000000	1
17	SSST	0.03	HBA	0.005	A	0.2	988	91.4	64.0	9.8	25.6	40000000000000000000	1
18	SSST	0.03	HBA	0.005	A	0.2	1320	105.6	73.2	10.2	25.6	40000000000000000000	1
19	SSST	0.03	HBA	0.005	A	0.2	1595	114.4	78.8	7.8	24.2	40000000000000000000	1
20	SSST	0.001	-	-	A	-	-	-	-	-	-	1x00000000	1
21	SSST	0.1	HBA	0.03	-	-	1420	114.8	79.8	9.0	2.0	18	18
22	SSST	0.1	HBA	0.03	-	FMSE	352	77.2	54.2	13.4	24.0	14	14
23	SSST	0.1	HBA	0.03	-	FMSE	718	85.4	46.0	13.4	14.4	19	19
24	SSST	-	-	-	A	0.2	988	91.4	64.0	14.8	17.6	10	10
25	SSST	-	-	-	B	0.1	988	91.4	64.0	16.8	15.0	4830	4830
26	SSST	-	-	-	B	0.1	585	53.8	47.8	16.8	23.2	1320	1320
27	SSST	-	-	-	B	0.1	922	83.0	56.2	10.2	23.2	1320	1320
28	SSST	-	-	-	B	0.1	1340	108.4	76.0	8.2	30.4	132	132
29	SSST	-	-	-	B	0.1	-	-	-	-	-	-	-

1	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.2	1820	110.4	77.2	1.2	30.2	00000000000000000000	14
2	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.5	311	137.6	58.0	2.4	30.4	00000000000000000000	13
3	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.1	1482	107.6	58.4	3.4	30.0	00000000000000000000	12
4	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.2	1195	104.4	73.6	5.6	29.4	00000000000000000000	11
5	SSST	0.1	HBA	0.03	B	0.5	1044	81.2	69.6	11.4	29.5	00000000000000000000	10
6	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.1	951	90.2	67.2	11.8	29.1	00000000000000000000	9
7	SSST	0.1	HBA	0.03	A	0.2	1021	93.2	65.4	11.8	27.2	00000000000000000000	8
8	SSST	0.05	HBA	0.005	A	0.2	1069	97.4	68.0	14.0	27.2	00000000000000000000	7
9	SSST	0.05	HBA	0.005	A	0.2	1351	103.0	72.2	10.8	30.0	00000000000000000000	6
10	SSST	0.002	-	-	B	0.2	1115	102.0	70.8	10.8	28.6	00000000000000000000	5
11	SSST	0.002	-	-	B	0.2	1204	120.0	83.0	11.2	28.2	00000000000000000000	4
12	SSST	0.01	1-100 TMPTA	0.01	B	0.2	1088	99.0	69.2	7.4	39.2	40000000000000000000	3
13	SSST	0.002	-	-	B	0.1	1059						

[0087]

【発明の効果】本発明によれば、吸水倍率、吸水速度および安全性等の全ての要求性能を同時に満足する高吸水性ポリマーを再現性良く製造することができることは、「課題を解決するための手段」の項において前記したところである。

【図面の簡単な説明】

【図1】高吸水性ポリマーの吸水速度を測定するのに使

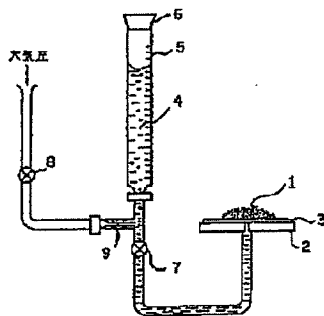
用した装置の概略を示す図面である。

【符号の説明】

- 1 高吸水性ポリマー (1g)
- 2 小穴の開いた支持板
- 3 不織布
- 4 人口尿
- 5 ビューレット
- 6 ゴム栓

17 (10) 特開平4-292603
7 バルブ 9 空気入口
8 バルブ 18

【図1】



フロントページの続き

(72)発明者 伊 藤 喜 一
三重県四日市市東邦町1番地 三菱油化株
式会社四日市総合研究所内